

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-198948

(43)Date of publication of application : 31.07.1998

(51)Int.Cl.

G11B 5/704

C01G 49/06

H01F 1/00

(21)Application number : 09-013459

(71)Applicant : TODA KOGYO CORP

(22)Date of filing : 08.01.1997

(72)Inventor : HAYASHI KAZUYUKI

IWASAKI KEISUKE

TANAKA YASUYUKI

MORII HIROKO

(54) HEMATITE PARTICLE POWDER FOR NONMAGNETIC GROUND LAYER OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM USING MAGNETIC METALLIC PARTICLE POWER CONSISTING ESSENTIALLY OF IRON AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM HAVING NONMAGNETIC GROUND LAYER USING THE HEMATITE PARTICLE POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a magnetic recording medium small in light transmittance, smooth in surface state, high in strength and excellent in durability, and to industrially obtain an acicular hematite particle powder, which is capable of suppressing the corrosion of magnetic metallic particle powder consisting essentially of iron in a magnetic layer and is adequate for the nonmagnetic ground layer of the magnetic recording medium.

SOLUTION: The hematite particle power for the nonmagnetic ground surface layer of the magnetic recording medium formed by using the magnetic metallic particle power consisting essentially of the iron is the acicular hematite particle power which consists of the acicular hematite particles uniformly contg. aluminum in the particles and in which the pH value of the powder is ≥ 8 , the content of a soluble sodium salt is ≤ 300 ppm in terms of Na and the content of soluble sulfate is ≤ 150 ppm in terms of So_4 .

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

01.06.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3512056

[Date of registration]

16.01.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

JP-A-10198948

published on July 31, 1998

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-198948

(43)公開日 平成10年(1998) 7月31日

(51)Int.Cl.⁹

識別記号

F I

G 1 1 B 5/704

G 1 1 B 5/704

C 0 1 G 49/06

C 0 1 G 49/06

A

H 0 1 F 1/00

H 0 1 F 1/00

B

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 32 頁)

(21)出願番号 特願平9-13459

(22)出願日 平成9年(1997) 1月8日

(71)出願人 000166443

戸田工業株式会社

広島県広島市西区横川新町7番1号

(72)発明者 林 一之

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 岩崎 敬介

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

(72)発明者 田中 泰幸

広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸

田工業株式会社創造センター内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末、該ヘマタイト粒子粉末を用いた非磁性下地層を有する磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 光透過率が小さく、表面平滑で、強度が大きく、且つ、耐久性の優れた磁気記録媒体を得るとともに、磁性層中の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕を抑制することができる磁気記録媒体の非磁性下地層用として好適な針状ヘマタイト粒子粉末を工業的に得る。

【解決手段】 鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末は、粒子内部にアルミニウムを均一に含有している針状ヘマタイト粒子からなり、粉体pH値が8以上、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である針状ヘマタイト粒子粉末である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒子内部にAl換算で0.05～50重量%のアルミニウムを含有している針状ヘマタイト粒子からなり、平均長軸径が0.3μm以下であって、粉体pH値が8以上、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である針状ヘマタイト粒子粉末であることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末。

【請求項2】 粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種で被覆されている請求項1記載の針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末。

【請求項3】 非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる非磁性下地層と該非磁性下地層の上に形成される鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる磁気記録層とからなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が請求項1又は請求項2記載のヘマタイト粒子粉末であることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、光透過率が小さく、表面平滑で、強度が大きく、且つ、耐久性に優れているとともに、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制された非磁性下地層を有する磁気記録媒体を得るために、非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適な針状ヘマタイト粒子粉末を提供する。

【0002】

【従来の技術】近年、ビデオ用、オーディオ用磁気記録再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対する高性能化、即ち、高密度記録化、高出力特性、殊に周波数特性の向上、低ノイズ化の要求が益々強まっている。

【0003】磁気記録媒体のこれら諸特性を向上させるために、磁性粒子粉末の高性能化及び磁性層の薄層化の両面から、種々の試みがなされている。

【0004】先ず、磁性粒子粉末の高性能化について述べる。

【0005】磁気記録媒体に対する上記のような要求を満足させる為に適した磁性粒子粉末の特性は、高い保磁力と大きな飽和磁化とを有することである。

【0006】近年、高出力並びに高密度記録に適する磁

性粒子粉末として針状ゲータイト粒子又は針状ヘマタイト粒子を還元性ガス中で加熱還元することにより得られる鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末が広く使用されている。

【0007】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、高い保磁力と大きな飽和磁化とを有するものであるが、磁気記録媒体用に使用される鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末は、1μm以下、殊に、0.01～0.3μm程度の非常に微細な粒子である為、腐蝕しやすく、磁気特性が劣化し、殊に、飽和磁化及び保磁力の減少をきたすという欠点がある。

【0008】従って、磁性粒子粉末として鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の特性を長期に亘って維持するためには、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子の腐蝕を極力抑制することが強く要求される。

【0009】次に、磁気記録層の薄層化について述べる。

【0010】近時におけるビデオテープの高画像高画質化に対する要求は益々強まっており、従来のビデオテープに比べ、記録されるキャリアー信号の周波数が益々高くなっている。即ち、短波長領域に移行しており、その結果、磁気テープの表面からの磁化深度が著しく浅くなっている。

【0011】短波長信号に対して、磁気記録媒体の高出力特性、殊に、S/N比を向上させる為には、磁気記録層の薄層化が強く要求されている。この事実は、例えば、株式会社総合技術センター発行「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」（1982年）第312頁の「…塗布型テープにおける高密度記録のための条件は、短波長信号に対して、低ノイズで高出力特性を保持できることであるが、その為には保磁力H_cと残留磁化B_rが…共に大きいことと塗布膜の厚みがより薄いことが必要である。…」なる記載の通りである。

【0012】磁気記録層の薄層化が進む中で、いくつかの問題が生じている。第一に、磁気記録層の平滑化と厚みむらの問題であり、周知の通り、磁気記録層を平滑で厚みむらが無いものとするためには、ベースフィルムの表面もまた平滑でなければならない。この事実は、例えば、工学情報センター出版部発行「磁気テープーヘッド走行系の摩擦摩耗発生要因とトラブル対策－総合技術資料集（－以下、総合技術資料集という－）」（昭和62年）第180及び181頁の「…硬化後の磁性層表面粗さは、ベースの表面粗さ（バック面粗さ）に強く依存し両者はほぼ比例関係にあり、…磁性層はベースの上に塗布されているからベースの表面を平滑にすればするほど均一で大きなヘッド出力が得られS/Nが向上する。…」なる記載の通りである。

【0013】第二に、ベースフィルムもまた磁性層と同様に薄層化が進んでおり、その結果、ベースフィルムの

強度が問題となってきた。この事実、例えば、前出「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」第77頁の「…高密度記録化が今の磁気テープに課せられた大きなテーマであるが、このことは、テープの長さを短くしてカセットを小型化していく上でも、また長時間記録に対しても重要となってくる。このためにはフィルムベースの厚さを減らすことが必要な訳である。…このように薄くなるにつれてテープのスティフネスが急激に減少してしまうためレコーダーでのスムーズな走行がむずかしくなる。ビデオテープの薄層化にともない長手方向、幅方向両方向に渡ってのこのスティフネスの向上が大いに望まれている。…」なる記載の通りである。

【0014】ところで、現在、特にビデオテープ等の磁気記録媒体の磁気テープ終端の判定は、磁気記録媒体の光透過率の大きい部分をビデオデッキによって検知することにより行われている。磁気記録媒体の薄層化や磁気記録層中に分散されている磁性粒子粉末の超微粒子化に伴って磁気記録層全体の光透過率が大きくなるとビデオデッキによる検知が困難となる為、磁気記録層にカーボンブラック等を添加して光透過率を小さくすることが行われている。そのため、現行のビデオテープにおいては磁気記録層へのカーボンブラック等の添加は必須となっている。

【0015】しかし、非磁性のカーボンブラック等の添加は、高密度記録化を阻害するばかりでなく、薄層化をも阻害する原因となる。磁気テープの表面からの磁化深度を浅くして、磁気テープの薄層化をより進めるためには、磁気記録層に添加するカーボンブラック等の非磁性粒子粉末ができるだけ少ないことが強く要求されている。この点からも基体の改良が強く要求されている。

【0016】磁気記録層を形成するための基体を改良する試みは種々行われており、ベースフィルム等の非磁性支持体上にヘマタイト粒子等の非磁性粒子粉末を結合剤中に分散させてなる下地層（以下、非磁性下地層という。）を少なくとも1層設けることが行われており、既に、実用化されている。（特公平6-93297号公報、特開昭62-159338号公報、特開昭63-187418号公報、特開平4-167225号公報、特開平4-325915号公報、特開平5-73882号公報、特開平5-182177号公報、特開平5-347017号公報、特開平6-60362号公報等）

【0017】

【発明が解決しようとする課題】磁気記録層の薄層化はもちろん、非磁性支持体の薄層化に伴って、光透過率が小さく、表面平滑で、強度が大きく、しかも、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕を抑制された磁気記録媒体は、現在最も要求されているところであるが、このような磁気記録媒体は未だ得られていない。

【0018】前出特開昭63-187418号公報等に

記載されている通り、非磁性下地層用非磁性粒子粉末としてヘマタイト粒子粉末を用いた場合には、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、光透過率が小さく、表面平滑で厚みむらのない薄層にすることができることが報告されている。

【0019】しかしながら、この非磁性下地層を有する磁気記録媒体は、特開平5-182177号公報に「…支持体表面の非磁性の厚い下地層を設けてから磁性層を上層として設けるようにすれば前記の支持体の表面粗さの影響は解消することができるが、ヘッド磨耗や耐久性が改善されないという問題があった。これは、従来、非磁性下層として熱硬化系樹脂を結合剤として用いているので、下層が硬化し、磁性層とヘッドとの摩擦や他の部材との接触が無緩衝状態で行われることや、このような下層を有する磁気記録媒体がやや可撓性に乏しい等のことに起因していると考えられる。…」と記載されている通り、耐久性が悪いことが指摘されている。

【0020】また、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末は、製造後、腐蝕が生じ、大幅な磁気特性の減少をきたすという問題も指摘されている。

【0021】そこで、本発明は、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、光透過率が小さく、表面平滑で、強度が大きく、且つ、耐久性に優れている磁気記録媒体であって、磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制された磁気記録媒体を得ることを技術的課題とする。

【0022】

【課題を解決する為の手段】前記技術的課題は、次の通りの本発明によって達成できる。

【0023】即ち、本発明は、粒子内部にAl換算で0.05～50重量%のアルミニウムを含有している針状ヘマタイト粒子からなり、平均長軸径が0.3μm以下であって、粉体pH値が8以上、且つ、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で300ppm以下、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で150ppm以下である針状ヘマタイト粒子粉末であることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末である。

【0024】また、本発明は、粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種で被覆されている前記針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の非磁性下地層用ヘマタイト粒子粉末である。

【0025】また、本発明は、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを

含む塗膜組成物からなる非磁性下地層と該非磁性下地層の上に形成される鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂とを含む塗膜組成物からなる磁気記録層とからなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が前記いずれかのヘマタイト粒子粉末であることを特徴とする鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体である。

【0026】次に、本発明実施にあたっての諸条件について述べる。

【0027】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末につ 10
いて述べる。

【0028】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、粒子内部にAl換算で0.05～50重量%のアルミニウムを含有している。

【0029】この針状ヘマタイト粒子粉末は、後に詳述する通り、第一鉄塩と、水酸化アルカリ、炭酸アルカリ又は水酸化アルカリ・炭酸アルカリとを用いて得られる鉄の水酸化物や炭酸鉄等の鉄含有沈澱物を含む懸濁液に空気等の酸素含有ガスを通気して針状ゲータイト粒子を生成させるにあたり、空気等の酸素含有ガスを通気する 20
前にアルミニウム化合物を存在させておくことにより、粒子内部にアルミニウムを含有している針状ゲータイト粒子を生成させ、該針状ゲータイト粒子を加熱することにより得ることができる。

【0030】このようにして得られる針状ヘマタイト粒子は、粒子の中心部から粒子表面に至るまでアルミニウムが実質的に均一に含有されている粒子である。

【0031】粒子内部に含有されているアルミニウム量がヘマタイト粒子に対しAl換算で0.05重量%未満の場合には、得られた磁気記録媒体は十分な耐久性を有 30
しない。50重量%を超える場合には、得られた磁気記録媒体はじゅうぶんな耐久性を有しているが、効果が飽和するため必要以上に含有させる意味がない。

【0032】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、軸比（平均長軸径：平均短軸径、以下、単に「軸比」という。）が2：1以上、好ましくは3：1以上の粒子が好ましい。ビヒクル中での分散性を考慮すれば、その上限値は、20：1以下、好ましくは10：1以下の粒子が好ましい。ここで、針状粒子とは、針状はもちろん、紡錘状、米粒状等を含む意味である。

【0033】軸比が2未満の場合には、所望の塗膜強度が得られ難くなる。

【0034】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の平均長軸径は0.3μm以下である。平均長軸径が0.3μmを超える場合には、粒子サイズが大きすぎる為、塗膜の表面平滑性を害するので好ましくない。ヘマタイト粒子の平均長軸径が0.005μm未満の場合には、ビヒクル中における分散が困難となる。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば0.02～0.2μmが好ましい。

【0035】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、平均短軸径が0.0025～0.15μmが好ましい。0.0025μm未満の場合には、ビヒクル中における分散が困難となる為に好ましくない。平均短軸径が0.15μmを超える場合には、粒子サイズが大きすぎる為、塗膜の表面平滑性を害するので好ましくない。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば0.01～0.10μmが好ましい。

【0036】ヘマタイト粒子の粉体pH値は8以上である。粉体pH値が8未満の場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体とする金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、粉体pH値は8.5以上が好ましく、より好ましくは粉体pH値が9.0以上である。その上限値は粉体pH値が12、好ましくは粉体pH値11、より好ましくは粉体pH値10.5である。

【0037】針状ヘマタイト粒子の可溶性ナトリウム塩の含有量はNa換算で300ppm以下である。300ppmを超える場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体とする金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。また、ビヒクル中におけるヘマタイト粒子の分散特性が害されやすくなったり、磁気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下においては白華現象を生じる場合がある。鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、好ましくは250ppm以下、より好ましくは200ppm以下、更により好ましくは150ppm以下である。生産性等の工業性を考慮すれば、その下限値は0.01ppm程度である。

【0038】針状ヘマタイト粒子の可溶性硫酸塩の含有量はSO₄換算で150ppm以下である。150ppmを超える場合には、非磁性下地層の上に形成されている磁気記録層中に含まれる鉄を主体とする金属磁性粒子粉末を徐々に腐蝕させ、磁気特性の劣化を引き起こす。また、ビヒクル中におけるヘマタイト粒子の分散特性が害されやすくなったり、磁気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下においては白華現象を生じる場合がある。鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕防止効果を考慮すると、好ましくは70ppm以下、より好ましくは50ppm以下である。生産性等の工業性を考慮すれば、その下限値は0.01ppm程度である。

【0039】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、BET比表面積値が35m²/g以上であることが好ましい。35m²/g未満の場合には、ヘマタイト粒子が粗大であったり、粒子及び粒子相互間で焼結が生じた粒子となっており、塗膜の表面平滑性に悪影響を与える。好ましくは40m²/g以上、より好ましくは45m²/g以上であり、その上限値は150m²/gである。ビヒクル中における分散性を考慮すると好ましくは100 50

m^2/g 以下、より好ましくは $80\text{m}^2/\text{g}$ 以下である。

【0040】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、長軸径の粒度分布が幾何標準偏差値で1.50以下であることが好ましい。1.5を越える場合には、存在する粗大粒子が塗膜の表面平滑性に悪影響を与える為に好ましくない。塗膜の表面平滑性を考慮すれば、好ましくは1.40以下、より好ましくは1.35以下である。工業的な生産性を考慮すれば得られるヘマタイト粒子の長軸径の粒度分布の下限値は、幾何標準偏差値で1.01である。

【0041】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、密度化の程度が高いものである。密度化の程度をBET法により測定した比表面積 S_{BET} 値と電子顕微鏡写真に示されている粒子から計測された長軸径及び短軸径から算出した表面積 S_{TEM} 値との比で示した場合、0.5~2.5を有している。

【0042】 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ の値が0.5未満の場合には、ヘマタイト粒子の高密度化が達成されてはいるが、粒子及び粒子相互間の焼結により癒着し、粒子径が増大しており、塗膜の表面平滑性が十分ではない。 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ の値が2.5を越える場合には、高密度化が十分ではなく、粒子表面に多数のポアが存在し、ビヒクル中における分散性が不十分となる。塗膜の表面平滑性及びビヒクル中における分散性を考慮すると $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ の値は0.7~2.0が好ましく、より好ましくは0.8~1.6である。

【0043】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、樹脂吸着強度が65%以上であり、好ましくは68%以上であり、より好ましくは70%以上である。

【0044】本発明に係る針状ヘマタイト粒子の表面に存在する焼結防止剤の量は、焼結防止剤の種類や量、アルカリ水溶液中におけるpH値や加熱処理温度等の諸条件により異なるが、粒子の全重量に対し0.05~10重量%程度である。

【0045】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、必要により、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種で粒子表面が被覆されていてもよい。粒子表面が被覆物で被覆されている針状ヘマタイト粒子は、ビヒクル中に分散させる場合に、結合剤樹脂とのなじみがよく、容易に所望の分散度が得られ易い。

【0046】上記被覆物の量は、アルミニウムの水酸化物やアルミニウムの酸化物はA1換算で、ケイ素の水酸化物やケイ素の酸化物はSiO₂換算で粒子の全重量に対し0.01~50重量%が好ましい。0.01重量%未満である場合には、被覆による分散性向上効果が殆どなく、50.00重量%を越える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。ビヒクル中の分散性と生産性を考慮すれば、0.05~20重

量%がより好ましい。

【0047】本発明に係る磁気記録媒体の非磁性下地層は、非磁性支持体上に針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂と溶剤とを含む非磁性塗料を塗布し塗膜を形成した後、乾燥することにより得られる。

【0048】非磁性支持体としては、現在、磁気記録媒体に汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、ポリイミド等の合成樹脂フィルム、アルミニウム、ステンレス等金属の箔や板および各種の紙を使用することができ、その厚みは、その材質により種々異なるが、通常好ましくは1.0~300 μm 、より好ましくは2.0~200 μm である。磁気ディスクの場合、非磁性支持体としてはポリエチレンテレフタレートが通常用いられ、その厚みは、通常50~300 μm 、好ましくは60~200 μm である。磁気テープの場合、ポリエチレンテレフタレートの場合、その厚みは、通常3~100 μm 、好ましくは4~20 μm 、ポリエチレンナフタレートの場合、その厚みは、通常3~50 μm 、好ましくは4~20 μm 、ポリアミドの場合、その厚みは、通常2~10 μm 、好ましくは3~7 μm である。

【0049】本発明における非磁性支持体上に塗膜組成物を塗布して乾燥させた後の下地層の塗膜厚さは、0.2~10.0 μm の範囲である。0.2 μm 未満の場合には、非磁性支持体の表面粗さを改善することができないばかりか、強度も不十分である。薄層の磁気記録媒体を得るためには上限値は10.0 μm 程度が好ましく、より好ましくは0.5~5.0 μm の範囲である。

【0050】結合剤樹脂としては、現在、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されている塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、ウレタン樹脂、塩化ビニル酢酸ビニルマレイン酸ウレタンエラストマー、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラール、ニトロセルロース等セルロース誘導体、ポリエステル樹脂、ポリブタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネートポリマー、電子線硬化型アクリルウレタン樹脂等とその混合物を使用することができ、また、各結合剤樹脂には-OH、-COOH、-SO₃M、-OPO₃M₂、-NH₂等の極性基(但し、MはH、Na、Kである。)が含まれていてもよい。

【0051】非磁性下地層における針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、針状ヘマタイト粒子が5~2000重量部、好ましくは100~1000重量部である。

【0052】尚、非磁性下地層に、通常の磁気記録媒体の製造に用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を、必要により、添加してもよい。

【0053】本発明に係る針状ヘマタイト粒子を含有する非磁性下地層は、塗膜の光沢度が190~280%

好ましくは195~280%、より好ましくは200~280%、塗膜表面粗度Raが2.0~10.0nm、好ましくは2.0~9.0nm、より好ましくは2.0~8.0nmである。

【0054】磁気記録媒体は、非磁性支持体上に形成された非磁性下地層の上に、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂と溶剤とを含む塗膜組成物を塗布し塗布膜を形成した後、乾燥して磁気記録層を形成することにより得られる。

【0055】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子は、平均長軸径が0.01~0.50 μ m、好ましくは0.03~0.30 μ mであって、軸比が3:1以上、好ましくは5:1以上の粒子であり、ビヒクル中での分散性を考慮すれば、その上限値は、15:1以下、好ましくは10:1以下の粒子であり、粒子の形状は、針状はもちろん、紡錘状、米粒状等であってもよい。

【0056】その組成は、鉄を50~99重量%、好ましくは60~95重量%含有している粒子であり、必要により、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Si、B、Nd、La、Y等を含有していてもよい。

【0057】鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の磁気特性は、高密度記録化等の特性を考慮すれば、保磁力は1200~3200Oeが好ましく、より好ましくは1500~2500Oeであり、飽和磁化は100~170emu/gが好ましく、より好ましくは130~150emu/gである。

【0058】磁気記録層における結合剤樹脂には、前記非磁性下地層を形成するのに用いた結合剤樹脂を使用することができる。

【0059】非磁性下地層上に塗膜組成物を塗布して乾燥させた後の磁気記録層の塗膜厚さは、0.01~5.0 μ mの範囲である。0.01 μ m未満の場合には、均一な塗布が困難で塗りむら等の現象が出やすくなるため好ましくない。5.0 μ mを超える場合には、反磁界の影響のため、所望の電磁変換特性が得られにくくなる。好ましくは0.05~1.0 μ mの範囲である。

【0060】磁気記録層における鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末が200~2000重量部、好ましくは300~1500重量部である。

【0061】磁気記録層中には、通常用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0062】本発明に係る針状ヘマタイト粒子を含有する非磁性下地層を有する磁気記録媒体は、保磁力が900~3500Oe、好ましくは1000~3500Oe、より好ましくは1500~3500Oe、角形比(残留磁束密度Br/飽和磁束密度Bm)が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が200~300%、好ましくは210~300%、

塗膜表面粗度Raが10.0nm以下、好ましくは2.0~9.0nm、より好ましくは2.0~8.0nm、塗膜の線吸収係数が1.10~2.00 μ m⁻¹好ましくは1.20~2.00 μ m⁻¹、耐久性のうち走行耐久性は11分以上、好ましくは15分以上、さらに好ましくは20分以上であり、すり傷性はB以上、好ましくはAである。そして、保磁力の変化率(%)で示す腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下、Bmの変化率(%)で示す腐蝕性が10.0%以下、好ましくは9.5%以下である。

【0063】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末の製造法について述べる。

【0064】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末を得るための前駆体である粒子内部にアルミニウムを含有している針状ゲータイト粒子は、①第一鉄塩水溶液に当量以上の水酸化アルカリ水溶液を加えて得られる水酸化第一鉄コロイドを含む懸濁液をpH11以上にて80℃以下の温度で酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト粒子を生成させる方法、②第一鉄塩水溶液と炭酸アルカリ水溶液とを反応させて得られるFeCO₃を含む懸濁液を、必要により熟成した後、酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより紡錘状を呈したゲータイト粒子を生成させる方法、③第一鉄塩水溶液に当量未満の水酸化アルカリ水溶液又は炭酸アルカリ水溶液を添加して得られる水酸化第一鉄コロイドを含む第一鉄塩水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、該針状ゲータイト核粒子を含む第一鉄塩水溶液に、該第一鉄塩水溶液中のFe²⁺に対し当量以上の水酸化アルカリ水溶液を添加した後、酸素含有ガスを通気して前記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法及び④第一鉄水溶液と当量未満の水酸化アルカリ又は炭酸アルカリ水溶液を添加して得られる水酸化第一鉄コロイドを含む第一鉄塩水溶液に酸素含有ガスを通気して酸化反応を行うことにより針状ゲータイト核粒子を生成させ、次いで、酸性乃至中性領域で前記針状ゲータイト核粒子を成長させる方法等のゲータイト粒子を得る通常の方法において空気等の酸素含有ガスを通気するにあたり、アルミニウム化合物を存在させておくことにより得られる。

【0065】アルミニウム化合物を添加は、ゲータイト粒子を得る通常の方法において空気等の酸素含有ガスを通気する前に存在させておくことが肝要であり、具体的には、第一鉄塩水溶液、水酸化アルカリや炭酸アルカリ水溶液、鉄含有沈澱物のいずれかに添加してもよく、最も好ましくは第一鉄塩水溶液である。

【0066】尚、ゲータイト粒子の生成反応中に、粒子の長軸径、短軸径、軸比等の諸特性向上の為に通常添加されているNi、Zn、P、Si等の異種元素が添加されていても支障はない。得られる針状ゲータイト粒子粉末は、通常、平均長軸径が0.005~0.4 μ m、平

均短軸径が0.0025~0.20 μ mであって、BET比表面積値が50~250 m^2/g 程度であり、可溶性ナトリウム塩をNa換算で300~1500ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で100~3000ppm含有している。

【0067】次いで、上記粒子内部にアルミニウムを含有している針状ゲータイト粒子粉末を550℃以上で高温加熱処理することにより、粒子内部にアルミニウムを含有している高密度化針状ヘマタイト粒子を得る。針状ゲータイト粒子の粒子形態を保持継承した高密度針状ヘマタイト粒子を得るためには、針状ゲータイト粒子を低温加熱処理して粒子内部にアルミニウムを含有している低密度化針状ヘマタイト粒子を得、次いで、該低密度化針状ヘマタイト粒子を高温加熱処理することが好ましい。

【0068】針状ゲータイト粒子の粒子形態を保持継承するためには、低温加熱処理又は高温加熱処理に先立って、あらかじめ焼結防止剤で被覆処理しておくことが肝要である。粒子表面が焼結防止剤で被覆されている針状ゲータイト粒子粉末は、通常、可溶性ナトリウム塩をNa換算で500~2000ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で300~3000ppm含有しており、BET比表面積値は50~250 m^2/g 程度である。焼結防止剤による被覆処理は、針状ゲータイト粒子を含む水懸濁液中に焼結防止剤を添加し、混合攪拌した後、濾別、水洗、乾燥すればよい。

【0069】焼結防止剤としては、通常使用されるヘキサメタリン酸ナトリウム、ポリリン酸、オルトリン酸等のリン化合物、3号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、コロイダルシリカ等のケイ素化合物、ホウ酸等のホウ素化合物、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミン酸ソーダ等のアルミン酸アルカリ塩、アルミナゾル等のアルミニウム化合物、硫酸チタンル等のチタン化合物を使用することができる。

【0070】粒子表面に焼結防止剤が被覆されている針状ゲータイト粒子を250~400℃の温度範囲で低温加熱して得られる。低密度ヘマタイト粒子粉末は、通常、平均長軸径が0.005~0.30 μ m、平均短軸径が0.0025~0.15 μ mであって、BET比表面積値が70~350 m^2/g 程度であり、可溶性ナトリウム塩をNa換算で500~2000ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で300~4000ppm含有している。加熱温度が250℃未満の場合には、脱水反応に長時間を要する。加熱温度が400℃を超える場合には、脱水反応が急激に生起し、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こすことになり好ましくない。低温加熱処理して得られる低密度針状ヘマタイト粒子は、ゲータイト粒子からH₂Oが脱水され、

脱水孔を多数有する低密度粒子であり、BET比表面積値が前駆体粒子である針状ゲータイト粒子の1.2~2倍程度となる。

【0071】次いで、低密度ヘマタイト粒子粉末は、550℃以上で高温加熱して高密度化された針状ヘマタイト粒子とする。加熱温度の上限値は好ましくは850℃である。高密度ヘマタイト粒子粉末は、通常、可溶性ナトリウム塩をNa換算で500~4000ppm、可溶性硫酸塩をSO₄換算で300~5000ppm含有しており、BET比表面積値は35~150 m^2/g 程度である。加熱温度が550℃未満の場合には、高密度化が不十分であるためヘマタイト粒子の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ビヒクル中における分散性が不十分であり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑な塗膜が得られにくい。加熱温度が850℃を超える場合には、ヘマタイト粒子の高密度化は十分なされているが、粒子及び粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑な塗膜は得られにくい。

【0072】高密度化された針状ヘマタイト粒子は、乾式で粗粉碎をして粗粒をほぐした後、スラリー化し、次いで、湿式粉碎することにより更に粗粒をほぐす。湿式粉碎は、少なくとも44 μ m以上の粗粒が無くなるようにボールミル、サンドグライNDER、ダイノミル、コロイドミル等を用いて行えばよい。湿式粉碎の程度は44 μ m以上の粗粒が10%以下、好ましくは5%以下、より好ましくは0%である。44 μ m以上の粗粒が10%を超えて残存していると、次工程におけるアルカリ水溶液中の処理効果が得られ難い。

【0073】粗粒を除去した針状ヘマタイト粒子を含むスラリーは、該スラリーに水酸化ナトリウム等のアルカリ水溶液を添加してpH値を13以上に調整した後、80℃以上の温度で加熱処理する。

【0074】針状ヘマタイト粒子粉末を含むpH値が13以上のアルカリ性懸濁液の濃度は、50~250g/lが好ましい。

【0075】針状ヘマタイト粒子粉末を含むアルカリ性懸濁液中のpH値が13未満の場合には、ヘマタイト粒子の粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋を効果的に取りはずすことができず、粒子内部及び粒子表面に存在する可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の洗い出しができない。その上限は、pH値が14程度である。ヘマタイト粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋の取りはずしや可溶性ナトリウム塩、可溶性硫酸塩等の洗い出しの効果、更には、アルカリ性水溶液処理中にヘマタイト粒子表面に付着したナトリウム等のアルカリを除去するための洗浄効果を考慮すれば、pH値は13.1~13.8の範囲が好ましい。

【0076】針状ヘマタイト粒子粉末を含むpH値が13以上のアルカリ性水溶液の加熱温度は、80℃以上が

10

20

30

40

50

好ましく、より好ましくは90℃以上ある。80℃未満の場合には、ヘマタイト粒子表面に存在する焼結防止剤に起因する固体架橋を効果的に取りはずすことが困難となる。加熱温度の上限値は103℃が好ましく、より好ましくは100℃である。103℃を越える場合には、固体架橋は効果的に取りはずすことはできるが、オートクレーブ等が必要となったり、常圧下においては、被処理液が沸騰するなど工業的に有利でなくなる。

【0077】アルカリ水溶液中で加熱処理した針状ヘマタイト粒子は、常法により、濾別、水洗することにより、粒子内部及び粒子表面から洗い出した可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩やアルカリ水溶液処理中にヘマタイト粒子表面に付着したナトリウム等のアルカリを除去し、次いで、乾燥する。

【0078】上述した方法により、本発明に係る粒子内部にアルミニウムを含有している針状ヘマタイト粒子を得ることができる。

【0079】水洗法としては、デカンテーションによって洗浄する方法、フィルターシュクナーを使用して希釈法で洗浄する方法、フィルタープレスに通水して洗浄する方法等の工業的に通常使用されている方法を使用すればよい。

【0080】尚、高密度ヘマタイト粒子の粒子内部に含有されている可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩を水洗して洗い出しておけば、それ以降の工程、例えば、後出する被覆処理工程においてヘマタイト粒子の粒子表面に可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩が付着しても水洗により容易に除去することができる。

【0081】本発明に係る針状ヘマタイト粒子は、必要により、アルカリ水溶液中で加熱処理した後、常法により濾別、水洗し、次いで、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物の少なくとも1種により被覆されていてもよい。

【0082】被覆処理は、針状ヘマタイト粒子のケーキ、スラリー、乾燥粉末を水溶液中に分散して得られる水懸濁液に、アルミニウム化合物、ケイ素化合物又は当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、または、必要により、pH値を調整することにより、前記針状ヘマタイト粒子の粒子表面に、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物を被着すればよく、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を施してもよい。

【0083】本発明におけるアルミニウム化合物としては、前出焼結防止剤と同じものが使用できる。

【0084】アルミニウム化合物の添加量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しAl換算で0.01~50.00重量%である。0.01重量%未満である場合には、ビヒクル中における分散が不十分であり、50.00重量%を越える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以

上に添加する意味がない。

【0085】本発明におけるケイ素化合物としては、前出焼結防止剤と同じものが使用できる。

【0086】ケイ素化合物の添加量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しSiO₂換算で0.01~50.00重量%である。0.01重量%未満である場合には、ビヒクル中における分散が不十分であり、50.00重量%を越える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に添加する意味がない。

10 【0087】アルミニウム化合物とケイ素化合物とを併せて使用する場合には、針状ヘマタイト粒子粉末に対し、Al換算量とSiO₂換算量との総和で0.01~50.00重量%が好ましい。

【0088】

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0089】尚、フルイ残量は、湿式粉碎後のスラリー濃度を別途に求めておき、固形分100gに相当する量のスラリーを325メッシュ（目開き44μm）のフルイに通し、フルイに残った固形分の量を定量することによって求めた。

【0090】粒子の平均長軸径、平均短軸径は、電子顕微鏡写真（×30000）を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真（×120000）に示される粒子約350個について長軸径、短軸径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。軸比は、平均長軸径と平均短軸径との比である。

30 【0091】粒子の長軸径の幾何標準偏差値（σ_g）は、下記の方法により求めた値で示した。即ち、上記拡大写真に示される粒子の長軸径を測定した値を、その測定値から計算して求めた粒子の実際の長軸径と個数から統計学的手法に従って対数正規確率紙上に横軸に粒子の長軸径を、縦軸に所定の長軸径区間のそれぞれに属する粒子の累積個数（積算フルイ下）を百分率でプロットする。そして、このグラフから粒子の個数が50%及び84.13%のそれぞれに相当する長軸径の値を読みとり、幾何標準偏差値（σ_g）=積算フルイ下84.13%における長軸径/積算フルイ下50%における長軸径（幾何平均径）に従って算出した値で示した。幾何標準偏差値が小さい程、粒子の長軸径の粒度分布が優れていることを意味する。

【0092】比表面積はBET法により測定した値で示した。

【0093】ヘマタイト粒子の密度化の程度は、前述した通り、S_{BET}/S_{TE}で示した。ここで、S_{BET}は、上記BET法により測定した比表面積の値である。S_{TE}は、前記電子顕微鏡写真から測定した粒子の平均長軸径lcm、平均短軸径wcmを用いて粒子を直方体と仮定して下記式に従って算出した値である。

50 【0094】S_{TE}（m²/g）=〔（4lw+2

$w^2) / (1w^2 \cdot \rho_0) \times 10^{-4}$

(但し、 ρ_0 はヘマタイトの真比重であり、 5.2 g/cm^3 を用いた。)

S_{TEU} は、粒子内部及び粒子表面に脱水孔が全くなく表面が平滑な粒子の比表面積であるから、 $S_{\text{DET}} / S_{\text{TEU}}$ の値が1に近いと、ヘマタイト粒子の内部及び表面に脱水孔が少なく表面が平滑な粒子、換言すれば、高密度な粒子であることを意味する。

【0095】針状ヘマタイト粒子の内部や表面に存在する Al、Si、P、Ti 及び B のそれぞれの量は蛍光 X 線分析により測定した。

【0096】粉体 pH 値は、試料 5 g を 300 ml の三角フラスコに秤り取り、煮沸した純水 100 ml を加え、加熱して煮沸状態を約 5 分間保持した後、栓をして常温まで放冷し、減量に相当する水を加えて再び栓をして 1 分間振り混ぜ、5 分間静置した後、得られた上澄み液の pH を JIS Z 8802-7 に従って測定し、得られた値を粉体 pH 値とした。

【0097】可溶性ナトリウム塩の含有量及び可溶性硫酸塩の含有量は、上記粉体 pH 値の測定用に作製した上澄み液を No. 5C の濾紙を用いて濾過し、濾液中の Na^+ 及び SO_4^{2-} を誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (セイコー電子工業株式会社製) を用いて測定した。

【0098】塗料粘度は、得られた塗料の 25℃ における塗料粘度を、E 型粘度計 EMD-R (株式会社東京計器製) を用いて測定し、ずり速度 $D = 1.921 / \text{sec}$ における値で示した。

【0099】樹脂吸着強度は、樹脂がヘマタイト粒子に吸着される程度を示すものであり、下記の方法により求めた値が 100 に近い程、樹脂がヘマタイト粒子に強く吸着され、良好であることを示す。まず、樹脂吸着量 W_a を求める。

【0100】ヘマタイト粒子 20 g とスルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル樹脂 2 g を溶解させた混合溶剤 (メチルエチルケトン 27.0 g、トルエン 16.2 g、シクロヘキサノン 10.8 g) 56 g とを 3 mm φ スチールビーズ 120 g とともに 100 ml ポリビンに入れ、60 分間ベントシェーカーで混合分散する。

【0101】次に、この塗料組成物 50 g を取り出し 50 ml の沈降管に入れ回転数 10000 rpm で 15 分間遠心分離を行い、固形部分と溶剤部分とを分離する。そして、溶剤部分に含まれる樹脂固形分濃度を重量法によって定量し、仕込みの樹脂量との差し引きにより、固形部分に存在する樹脂量を求め、これをヘマタイト粒子に対する樹脂吸着量 $W_a (\text{mg/g})$ とする。

【0102】次に、先に分離した固形部分のみを 100 ml トールピーカーに全量取り出し、これに混合溶剤 (メチルエチルケトン 25.0 g、トルエン 15.0 g、シクロヘキサノン 10.0 g) 50 g を加え、15 分間超音波分散を行って懸濁状態にした後、50 ml 沈

降管に入れ回転数 10000 rpm で 15 分間遠心分離を行い、固形部分と溶剤部分とを分離する。そして、溶剤部分の樹脂固形分濃度を測定することによって、ヘマタイト粒子表面に吸着していた樹脂のうち溶剤相に抽出された樹脂量を定量する。

【0103】さらに、上記固形部分のみの 100 ml トールピーカーへの全量取り出しから溶剤相に溶け出した樹脂量の定量までの操作を 2 回繰り返し、合計 3 回の溶剤相中における樹脂の抽出量の総和 $W_e (\text{mg/g})$ を求め、下記の式に従って求めた値を樹脂吸着強度 $T (\%)$ とした。

【0104】

$$T (\%) = [(W_a - W_e) / W_a] \times 100$$

【0105】非磁性下地層及び磁気記録層の塗膜表面の光沢度は、「グロスメーター UGV-5D」(スガ試験機株式会社製) を用いて塗膜の 45° 光沢度を測定して求めた。

【0106】表面粗度 R_a は、「Surfcom-575A」(東京精密株式会社製) を用いて塗布膜の中心線平均粗さを測定した。

【0107】磁気記録媒体の耐久性については、次の走行耐久性及びすり傷特性を評価した。

【0108】走行耐久性は、「Media Durability Tester MDT-3000」(Steinberg Associates 社製) を用いて、負荷 200 gw、ヘッドとテープとの相対速度 16 m/s における実可動時間で評価した、実可動時間が長い程走行耐久性が良いことを示す。

【0109】すり傷特性は、走行後のテープの表面を顕微鏡で観察し、すり傷の有無を目視で評価し、下記の 4 段階の評価を行った。

A: すり傷なし

B: すり傷若干有り

C: すり傷有り

D: ひどいすり傷有り

【0110】塗膜強度は、「オートグラフ」(株式会社島津製作所製) を用いて塗膜のヤング率を測定して求めた。ヤング率は市販ビデオテープ「AV T-120 (日本ビクター株式会社製)」との相対値で表した。相対値が高いほど良好であることを示す。

【0111】磁気特性は、「振動試料型磁力計 VSM-3S-15」(東英工業株式会社製) を使用し、外部磁場 10 K Oe までかけて測定した。

【0112】磁気記録層中の鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気記録媒体の磁気特性の経時変化は、磁気記録媒体を温度 60℃、関係湿度 90% の環境下に 14 日間放置し、放置前後の保磁力値及び飽和磁束密度値を測定し、その変化量を放置前の値で除した値を変化率として百分率で示した。

【0113】光透過の程度は、「光電分光光度計 UV-

2100」(株式会社島津製作所製)を用いて磁気記録媒体について測定した光透過率の値を下記式に挿入して算出した線吸収係数で示した。線吸収係数は、その値が大きい程、光を透しにくいことを示す。

【0114】尚、光透過率の値を測定するにあたっては、上記磁気記録媒体に用いた非磁性支持体と同一の非磁性支持体をブランクとして用いた。

【0115】

線吸収係数(μm^{-1}) = $\ln(1/t)/FT$

t : $\lambda = 900\text{nm}$ における光透過率(-)

FT : 測定に用いたフィルムの塗布層(非磁性下地層の膜厚と磁気記録層の膜厚との総和)の厚み(μm)

【0116】磁気記録媒体を構成する非磁性支持体、非磁性下地層及び磁気記録層の各層の厚みは、下記のようにして測定した。デジタル電子マイクロメーターK351C(安立電気株式会社製)を用いて、先ず、非磁性支持体の膜厚(A)を測定する。次に、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層との厚み

(B)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みとの総和)を同様にして測定する。更に、非磁性下地層上に磁気記録層を形成することにより得られた磁気記録媒体の厚み(C)(非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの総和)を同様にして測定する。そして、非磁性下地層の厚みは $B-A$ で示し、磁気記録層の厚みは $C-B$ で示した。

【0117】<針状ヘマタイト粒子の製造>硫酸第一鉄水溶液と硫酸アルミニウム水溶液と炭酸ナトリウム水溶液とを用いて、前記ゲータイタイト粒子の製造法②により得られたAl換算で0.61重量%のアルミニウムを粒子内部に均一に含有している針状ゲータイタイト粒子粉末(平均長軸径0.153 μm 、平均短軸径0.0196 μm 、軸比7.80、BET比表面積値175.2 m^2/g 、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で1130ppm、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で522ppm、粉体pH値7.9及び幾何標準偏差値1.32)1200gを水中に懸濁させてスラリーとし、固形分濃度を8g/lに調整した。このスラリー150lを加熱し、温度を60℃とし、0.1NのNaOH水溶液を加えてスラリーのpH値を9.0に調整した。

【0118】次に、上記アルカリ性スラリー中に、焼結防止剤として3号水ガラス30.0gを徐々に加え、添加が終わった後、60分間熟成を行った。次に、このスラリーに0.1Nの酢酸溶液を加え、スラリーのpH値を5.8に調整した。その後、常法により、濾別、水洗、乾燥、粉碎を行い、ケイ素の酸化物が粒子表面に被覆されている針状ゲータイタイト粒子粉末を得た。SiO₂量は0.72wt%であった。

【0119】得られた針状ゲータイタイト粒子粉末1000gを、ステンレス製回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中で300℃で60分間熱処理を行って脱水し、

低密度針状ヘマタイト粒子を得た。得られた低密度のアルミニウムを含有している針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径0.115 μm 、平均短軸径0.0177 μm 、軸比6.50、BET比表面積値(S_{BET})187.3 m^2/g 、密度の程度 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TREM}}$ は4.00、可溶性ナトリウム塩の含有量はNa換算で1361ppm、可溶性硫酸塩の含有量はSO₄換算で568ppm、Al含有量は0.67重量%、粉体pH値7.8及び幾何標準偏差値1.34であった。

10 【0120】次に、上記低密度針状ヘマタイト粒子粉末650gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空気中640℃で20分間熱処理を行い、脱水孔の封孔処理を行った。高密度化された針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径が0.110 μm 、平均短軸径が0.0186 μm 、軸比が5.91、BET比表面積値(S_{BET})が54.6 m^2/g 、密度化の程度 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TREM}}$ が1.22、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で3553ppm、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で3998ppm、粉体pH値が5.8及び幾何標準偏差値が1.36であった。SiO₂量は0.82wt%であった。また、樹脂吸着強度は23.8%であった。

【0121】得られた高密度化針状ヘマタイト粒子粉末800gをあらかじめ奈良式粉砕機で粗粉碎した後、純水4.7lに投入し、ホモミキサー(特殊機化工業株式会社製)を用いて60分間解膠した。

30 【0122】次に、得られた高密度化針状ヘマタイト粒子のスラリーを横型SGM(ディスバマツSL:エスシー・アディケム株式会社製)で循環しながら、軸回転数2000rpmのもとで3時間混合・分散した。得られたスラリー中の針状ヘマタイト粒子の325mesh(目開き44 μm)における篩残分は0%であった。

【0123】得られた高密度化針状ヘマタイト粒子のスラリーの濃度を100g/lとし、スラリーを7lを採取した。このスラリーを攪拌しながら、6NのNaOH水溶液を加えてスラリーのpH値を13.3に調整した。次に、このスラリーを攪拌しながら加熱して95℃まで昇温し、その温度で3時間保持した。

40 【0124】次に、このスラリーをデカンテーション法により水洗し、pH値が10.5のスラリーとした。正確を期すため、この時点でのスラリー濃度を確認したところ98g/lであった。

【0125】次に、得られた水洗スラリー2lをブフナーロートを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が30 μs 以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉碎して、針状ヘマタイト粒子粉末を得た。得られたAl換算で0.67重量%のアルミニウムを粒子内部に均一に含有している針状ヘマタイト粒子粉末は、長軸径が0.110 μm 、短軸径が0.0185 μm 、軸比が5.95、粒子サイズ(長軸径)の幾何

標準偏差値 σg が1.35、BET比表面積値(S_{BET})が54.0 m^2/g 、密度化の程度(S_{BET}/S_{TEM})が1.20、粉体pH値が9.0、可溶性ナトリウム塩の含有量がNa換算で138ppm、可溶性硫酸塩の含有量がSO₄換算で35ppmであった。また、樹脂吸着強度は79.8%であった。

【0126】<非磁性下地層の製造>上記で得られたA1換算で0.67重量%のアルミニウムを粒子内部に均一に含有している針状ヘマタイト粒子粉末12gと結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂30重量%とシクロヘキサノ

針状ヘマタイト粒子粉末

100重量部

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

10重量部

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

10重量部

シクロヘキサノン

44.6重量部

メチルエチルケトン

111.4重量部

トルエン

66.9重量部

【0129】得られたヘマタイト粒子を含む塗料を厚さ12 μm のポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーションャーを用いて55 μm の厚さに塗布し、次いで、乾燥させることにより非磁性下地層を形成した。非磁性下地層の厚みは3.5 μm であった。

【0130】得られた非磁性下地層は、光沢が206%、表面粗度Raが5.9nmであり、基体のヤング率(相対値)は121であった。

【0131】<磁気記録層の製造>鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末(平均長軸径0.11 μm 、平均短軸径0.018 μm 、軸比6.1、保磁力1880Oe、飽和磁化値128emu/g)12g、研磨剤(商品名:AKP-30、住友化学(株)製)1.2g、カーボンブラック(商品名:#3250B、三菱化成(株)製)0.12g、結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有する塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂※

鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末

100重量部

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

10重量部

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

10重量部

研磨剤(AKP-30)

10重量部

カーボンブラック(#3250B)

3.0重量部

潤滑剤(ミリスチン酸:ステアリン酸ブチル=1:2)

3.0重量部

硬化剤(ポリイソシアネート)

5.0重量部

シクロヘキサノン

65.8重量部

メチルエチルケトン

164.5重量部

トルエン

98.7重量部

【0134】磁性塗料を前記非磁性下地層の上にアプリケーションャーを用いて15 μm の厚さに塗布した後、磁場中において配向・乾燥し、次いで、カレンダー処理を行った後、60℃で24時間硬化反応を行い0.5インチ幅

*物(固形分率72%)を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得た。

【0127】この混練物を140mlガラス瓶に1.5mm ϕ ガラスビーズ95g、結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤(メチルエチルケトン:トルエン=1:1)70重量%)、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って塗料組成物を得た。

【0128】得られたヘマタイト粒子を含む塗料の組成は、下記の通りであった。

20※30重量%とシクロヘキサノン70重量%)及びシクロヘキサノンとを混合して混合物(固形分率78%)を得、この混合物を更にブラストミルで30分間混練して混練物を得た。

【0132】この混練物を140mlガラス瓶に1.5mm ϕ ガラスビーズ95g、結合剤樹脂溶液(スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂30重量%、溶剤(メチルエチルケトン:トルエン=1:1)70重量%)、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン及びトルエンとともに添加し、ペイントシェーカーで6時間混合・分散を行って磁性塗料を得た。その後、潤滑剤及び硬化剤を加え、さらに、ペイントシェーカーで15分間混合・分散した。

【0133】得られた磁性塗料の組成は下記の通りであった。

にスリットして磁気テープを得た。磁気記録層の厚みは1.1 μm であった。

【0135】得られた磁気テープは、Hcが1960Oe、角型比(B_r/B_m)が0.87、光沢度が235

%, 表面粗度 R_a が 6.0 nm, ヤング率 (相対値) が 133, 線吸収係数が 1.21, 走行耐久性が 25.6 分, すり傷特性が A であった。磁気テープの磁気特性の経時変化は、保磁力については 5.0%, 飽和磁束密度 B_m については 4.2% であった。

【0136】

【作用】本発明において最も重要な点は、結合剤樹脂中における分散性が優れており、しかも、可溶性ナトリウムの含有量が Na 換算で 300 ppm 以下、可溶性硫酸塩の含有量が SO_4 換算で 150 ppm 以下であって、且つ、粉体 pH 値が 8 以上の高密度針状ヘマタイト粒子を、非磁性下地層用の非磁性粒子粉末として使用した場合には、該結合剤樹脂中における分散性が優れていることに起因して、非磁性下地層の表面平滑性と基体の強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、磁気記録層の光透過率を小さくし、表面平滑で、強度が大きく、且つ、耐久性に優れている磁気記録媒体を得ることができるとともに、磁気記録層中に分散させている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制することができるという事実である。

【0137】非磁性下地層の表面平滑性と基体の強度をより向上させることができた理由について、本発明者は、高密度針状ヘマタイト粒子相互を強固に架橋して凝集させる原因となっている可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩を十分水洗除去することができたことに起因して、凝集物が解きほぐされて、実質的に独立している粒子とすることができ、その結果、ビヒクル中における分散性が優れた針状ヘマタイト粒子粉末が得られることによるものと考えている。

【0138】この事実について、以下に説明する。

【0139】前駆体として使用する針状ゲータイト粒子粉末は、前述した通り、各種製造法により製造される。

【0140】いずれの方法においても針状ゲータイト粒子を製造する主な原料が硫酸第一鉄である場合には当然反応母液中に硫酸塩 (SO_4^{--}) が多量に存在するのである。

【0141】特に、酸性溶液中からゲータイト粒子を生成する場合には、同時に、 Na , SO_4 等水可溶性硫酸塩を生じるとともに、反応母液には K^+ , NH_4^+ , Na^+ 等アルカリ金属を含んでいるので、アルカリ金属や硫酸塩を含む沈澱を生じ易く、この沈澱は $RFe \cdot (SO_4)_x(OH)_y$ ($R=K^+, NH_4^+, Na^+$) で示される。これら沈澱物は難溶性の含硫酸塩で常法による水洗によっては除去することができない。この難溶性塩はその後の加熱処理工程において可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩になるが、この可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩は、高密度化のための高温加熱処理工程において針状ヘマタイト粒子の形状の変形、粒子相互間の焼結を防止するために必須である焼結防止剤によって、針状

ヘマタイト粒子相互を架橋しながら粒子内部及び粒子表面に強固に結合されることにより、針状ヘマタイト粒子相互間の凝集が一層強まる。その結果、殊に、粒子内部や凝集物内部に閉じ込められた可溶性硫酸塩や可溶性ナトリウム塩は、常法による水洗によって除去することが極めて困難となる。

【0142】硫酸第一鉄と水酸化ナトリウムとを用いてアルカリ性水溶液中で針状ゲータイト粒子を生成する場合には、同時に生成される硫酸塩は Na_2SO_4 であり、また、母液中に $NaOH$ が存在し、これらは共に可溶性であるため針状ゲータイト粒子を十分水洗すれば本質的には Na_2SO_4 および $NaOH$ を除去できるはずである。しかし、一般には針状ゲータイト粒子の結晶性が小さい為、水洗効率が悪く、常法により水洗した場合、なお、粒子中に可溶性硫酸塩 (SO_4^{--})、可溶性ナトリウム塩 (Na^+) 等水可溶性分を含んでいる。そして、この水可溶性分は、前述した通り、焼結防止剤によって針状ヘマタイト粒子相互を架橋しながら粒子内部及び粒子表面に強固に結合されることにより、針状ヘマタイト粒子相互間の凝集が一層強まる。その結果、殊に、粒子内部や凝集物内部に閉じ込められた可溶性硫酸塩や可溶性ナトリウム塩は、常法による水洗によって除去することが極めて困難となる。

【0143】上述した通り、可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩が焼結防止剤を介在して粒子内部や粒子表面及び凝集物内部に強く結合されている高密度ヘマタイト粒子は、湿式粉碎して粗粒をほぐした後、スラリーの pH 値を 13 以上に調整し、80℃以上の温度で加熱処理すると、アルカリ性水溶液が高密度ヘマタイト粒子の粒子内部まで十分浸透し、その結果、粒子内部や粒子表面及び凝集物内部に強く結合している焼結防止剤の結合力が徐々に弱まり、粒子内部や粒子表面及び凝集物内部から解離され、同時に水可溶性ナトリウム塩や水可溶性硫酸塩も水洗除去しやすくなるものと考えられる。

【0144】磁気記録媒体の耐久性が向上した理由については未だ明らかではないが、本発明者は、粒子内部にアルミニウムが均一に含有されているヘマタイト粒子を非磁性粒子として用いたことや、該ヘマタイト粒子の可溶性塩の含有量が少ないこと及び pH 値が特定範囲であることなどの相乗効果に起因して、後出実施例に示す通り、ヘマタイト粒子のビヒクル中におけるバインダー樹脂との樹脂吸着強度が高まり、その結果、非磁性下地層中におけるヘマタイト粒子や非磁性下地層自体の非磁性支持体への密着度が高まったことによるものと考えている。

【0145】磁気記録層中に分散されている鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化が抑制される理由について、本発明者は、金属の腐蝕を促進する可溶性ナトリウム塩や可溶性硫酸塩等の可溶性分が高密度針状ヘマタイト粒子中に少ないこと及びヘマタ

イト粒子自体の粉体 pH 値が 8 以上と高いことに起因して鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕の進行が抑制できたものと考えている。

【0146】事実、本発明者は、後出の実施例及び比較例に示す通り、湿式粉碎後の高密度化されたヘマタイト粒子を 80℃以上の温度、pH 値が 13 未満のアルカリ水溶液で加熱処理した場合、湿式粉碎後の高密度化されたヘマタイト粒子を 80℃未満の温度、pH 値が 13 以上のアルカリ水溶液で加熱処理した場合、高密度化されたヘマタイト粒子を湿式粉碎をすることなく粗粒を含んだままで 80℃以上の温度下、pH 値 13 以上のアルカリ性水溶液中で加熱処理した場合のいずれの場合にも、

鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕の進行が抑制できないことから、可溶性分が少ないことと、粉体 pH 値が 8 以上であることの相乗効果により鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末の腐蝕の進行が抑制できるという現象を確認している。

【0147】

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げる。

【0148】＜針状ゲータイト粒子粉末の種類＞針状ヘマタイト粒子を製造するための前駆体として下記の前駆体 1 乃至 8 を準備した。

【0149】

【表 1】

前駆体の種類	針状ゲータイト粒子の生成		針状ゲータイト粒子							
	製法	添加したAlの種類	平均長径 (μm)	軸比 (-)	線何 標準偏差値 σg (-)	BET 比表面積値 (m^2/g)	含有Al量 (wt%)	可溶性Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体pH値 (-)
前駆体1	②	硫酸7Mニウム	0.179	7.6	1.35	146.0	0.60	389	235	7.9
" 2	②	"	0.228	7.9	1.32	101.0	1.12	453	564	7.3
" 3	④	硝酸7Mニウム	0.246	8.1	1.30	85.3	0.84	1389	2323	6.1
" 4	③	酢酸7Mニウム	0.196	7.7	1.38	95.1	0.20	365	890	5.5
" 5	②	硫酸7Mニウム	0.150	7.4	1.42	186.4	0.46	456	357	7.1
" 6	②	"	0.235	8.4	1.30	65.6	2.89	399	412	6.8
" 7	①	7Mニ酸ナトリウム	0.216	8.8	1.40	75.1	4.05	1189	268	8.4
" 8	②	硝酸7Mニウム	0.258	8.6	1.35	60.6	0.005	325	525	7.0

【0150】＜低密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞
実施例1～15及び比較例1～15

前駆体である針状ゲータイト粒子粉末の種類、焼結防止剤の種類及び量、加熱脱水温度及び時間を種々変化した以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして低密度針状ヘマタイト粒子を得た。尚、比較例4で得られた粒

子は、ゲータイト粒子である。

【0151】この時の主要製造条件及び諸特性を表2乃至表5に示す。

【0152】

【表2】

実施例	針状ゲータイト 粒子の種類	焼 結 防 止 処 理		加 熱 脱 水	
		種 類	添加量 (wt%)	温 度 (℃)	時 間 (分)
実施例 1	実施の形態の項 に記載の粒子	3号水ガラス	SiO ₂ 0.75	300	60
" 2	前駆体 1	ヘキサリン 酸ソーダ	P 0.60	350	60
" 3	" 1	3号水ガラス リン酸	SiO ₂ 1.25 P 1.00	380	60
" 4	" 2	リン酸	P 1.50	350	60
" 5	" 2	アルミニウム酸ソーダ	Al 3.00	330	120
" 6	" 3	ヘキサリン 酸ソーダ	P 1.20	330	120
" 7	" 3	ホウ酸	B 1.60	350	90
" 8	" 4	3号水ガラス	SiO ₂ 1.00	320	60
" 9	" 4	リン酸	P 1.00	300	30
" 10	" 5	ヘキサリン 酸ソーダ	P 7.00	380	120
" 11	" 5	3号水ガラス ヘキサリン 酸ソーダ	SiO ₂ 0.75 P 1.25	350	90
" 12	" 6	3号水ガラス	SiO ₂ 1.50	350	60
" 13	" 6	硫酸チタニル リン酸	Ti 3.35 P 2.20	375	60
" 14	" 7	ヘキサリン 酸ソーダ	P 1.00	310	30
" 15	" 7	硫酸アルミニウム	Al 3.25	330	60

実施例	低密度ヘマタイト粒子											
	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差値 σ_g (-)	軸 比 (-)	S_{DET} (m^2/g)	S_{TEM} (m^2/g)	$S_{\text{DET}}/S_{\text{TEM}}$ (-)	Al 含有量 (wt%)	焼結防止剤の 量 (wt%)	可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	粉体pH値 (-)
実施例 1	0.115	0.0178	1.35	6.46	187.3	46.6	4.02	0.67	SiO ₂ 0.83	1351	568	7.9
" 2	0.133	0.0218	1.33	6.10	150.5	38.2	3.94	0.67	P 0.66	1897	1321	7.1
" 3	0.140	0.0221	1.33	6.33	160.8	37.6	4.28	0.67	SiO ₂ 1.38 P 1.10	1835	1189	7.3
" 4	0.166	0.0263	1.37	6.31	143.9	31.6	4.56	1.25	P 1.60	1768	1443	7.0
" 5	0.168	0.0260	1.36	6.46	134.8	31.9	4.23	1.25	Al 3.24	1689	1567	6.8
" 6	0.204	0.0291	1.41	7.01	125.9	28.3	4.45	0.93	P 1.30	2567	1011	7.9
" 7	0.206	0.0290	1.40	7.10	145.0	28.4	5.11	0.93	B 1.75	3109	980	8.3
" 8	0.147	0.0242	1.35	6.07	145.9	34.4	4.24	0.22	SiO ₂ 1.11	1123	760	7.8
" 9	0.147	0.0240	1.36	6.13	156.9	34.7	4.53	0.22	P 1.09	1324	689	8.0
" 10	0.107	0.0181	1.41	5.91	257.5	46.1	5.59	0.51	P 7.28	1324	1126	6.5
" 11	0.097	0.0191	1.44	5.08	246.2	44.2	5.57	0.52	SiO ₂ 0.83 P 1.36	1145	1123	6.9
" 12	0.190	0.0287	1.32	6.62	98.8	28.8	3.43	3.22	SiO ₂ 1.68	876	888	6.0
" 13	0.192	0.0278	1.32	6.91	101.8	29.7	3.43	3.22	Ti 3.55 P 2.41	769	658	6.1
" 14	0.176	0.0251	1.36	7.01	126.8	32.8	3.86	4.50	P 1.11	1452	467	8.1
" 15	0.177	0.0255	1.37	6.94	136.9	32.3	4.23	4.51	Al 3.58	1562	576	8.0

【0154】

【表4】

比較例	針状ゲータイト 粒子の種類	焼 結 防 止 処 理		加 熱 脱 水	
		種 類	焼結防止剤 の添加量 (wt%)	温 度 (℃)	時 間 (分)
比較例1	実施の形態の項 に記載の粒子	—	—	320	60
" 2	"	—	—	350	60
" 3	"	3号水ガラス	SiO ₂ 1.00	350	60
" 4	"	リン酸	P 1.00	—	—
" 5	"	リン酸	P 1.25	330	30
" 6	"	リン酸	P 1.00	310	30
" 7	"	3号水ガラス	SiO ₂ 1.50	320	90
" 8	"	3号水ガラス	SiO ₂ 1.00	350	60
" 9	"	リン酸	P 1.00	300	30
" 10	前駆体6	ヘキサリン 酸ソーダ	P 2.00	380	90
" 11	" 6	3号水ガラス	SiO ₂ 1.75	350	90
" 12	" 6	アルミニウムナトリウム	Al 1.50	330	30
" 13	" 6	硫酸チタニル	Ti 1.00	325	45
" 14	" 6	リン酸	P 1.00	330	60
" 15	" 8	リン酸	P 1.50	350	90

低 密 度 ヘ マ タ イ ト 粒 子													
比較例	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差値 σ_B (—)	軸 比 (—)	S_{DET} (m^2/g)	S_{TEM}	S_{DET} / S_{TEM}	A1 含有量 (wt%)	焼結防止剤の 量	可溶性 Na塩 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (ppm)	軟化点 ($^{\circ}\text{C}$)	樹脂吸着 強度 (%)
比較例 1	0.114	0.0178	1.35	6.40	187.3	46.6	4.02	0.67	—	940	635	7.8	15.6
" 2	0.113	0.0177	1.33	6.38	150.5	46.9	3.21	0.67	—	889	589	6.8	—
" 3	0.115	0.0176	1.33	6.53	160.8	47.1	3.42	0.67	SiO_2 1.09	1256	789	6.8	17.6
" 4	—	—	—	—	—	—	—	—	P 1.10	—	—	—	—
" 5	0.116	0.0175	1.34	6.63	134.8	47.3	2.85	0.67	P 1.36	1156	675	6.3	—
" 6	0.115	0.0176	1.35	6.53	125.9	47.1	2.68	0.68	P 1.10	999	557	7.1	—
" 7	0.117	0.0177	1.35	6.61	145.0	46.7	3.10	0.67	SiO_2 1.65	1678	768	7.7	—
" 8	0.114	0.0178	1.35	6.40	145.9	46.6	3.13	0.67	SiO_2 1.11	1123	760	7.3	—
" 9	0.116	0.0174	1.36	6.67	156.9	47.5	3.30	0.66	P 1.09	1022	689	7.2	—
" 10	0.197	0.0288	1.33	6.84	257.5	28.7	8.98	3.22	P 2.21	1324	675	7.5	—
" 11	0.195	0.0289	1.33	6.75	246.2	28.6	8.61	3.23	SiO_2 1.80	1145	548	7.2	—
" 12	0.190	0.0291	1.32	6.53	98.8	28.5	3.47	3.21	Al 1.65	876	888	6.0	—
" 13	0.192	0.0298	1.33	6.44	101.8	27.8	3.66	3.20	Ti 1.10	769	2343	5.3	—
" 14	0.197	0.0277	1.32	7.11	136.9	29.7	4.61	3.23	P 1.09	1562	576	8.0	—
" 15	0.211	0.0293	1.36	7.20	126.6	28.1	4.51	0.006	P 1.63	1165	872	6.8	—

【0156】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞

実施例16～30及び比較例16～29

低密度針状ヘマタイト粒子粉末の種類、高密度化加熱処理の温度及び時間を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして高密度針状ヘマタイト粒子を

得た。

【0157】この時の主要製造条件及び諸特性を表6及び表7に示す。

【0158】

【表6】

実施例	低密度針状ヘマタイト粒子の種類	高密度加熱処理		高密度針状ヘマタイト粒子												可溶性Na塩	可溶性硫酸塩	粉体pH値
		温度(℃)	時間(分)	平均長軸径(μm)	平均短軸径(μm)	幾何標準偏差σg(-)	軸比(-)	S _{set} (m ² /g)	S _{stem} (m ² /g)	S _{set} /S _{stem} (-)	Al含有量(wt%)	焼結防止剤の量(wt%)	可溶性					
	実施例16	700	30	0.115	0.0179	1.35	6.42	50.3	46.3	1.26	0.67	SiO ₂ 0.84	1633	3378		5.3		
	" 17	700	30	0.132	0.0220	1.34	6.00	51.1	37.9	1.35	0.67	P 0.67	2466	3663		5.7		
	" 18	650	60	0.138	0.0223	1.34	6.19	48.9	37.3	1.31	0.67	SiO ₂ 1.38 P 1.10	2018	3443		5.8		
	" 19	730	15	0.165	0.0263	1.37	6.27	40.7	31.6	1.29	1.25	P 1.61	1968	3607		5.1		
	" 20	650	60	0.168	0.0261	1.37	6.44	45.3	31.8	1.43	1.25	Al 3.23	1890	3129		5.3		
	" 21	700	45	0.200	0.0294	1.42	6.80	41.8	28.1	1.49	0.93	P 1.29	2879	3330		6.1		
	" 22	650	30	0.204	0.0291	1.41	7.01	42.5	28.3	1.50	0.93	B 1.78	3330	2980		6.2		
	" 23	700	60	0.145	0.0244	1.35	5.94	51.0	34.2	1.49	0.22	SiO ₂ 1.12	1356	3103		5.2		
	" 24	650	60	0.146	0.0244	1.37	5.98	50.1	34.2	1.47	0.22	P 1.10	1546	2980		5.4		
	" 25	700	45	0.107	0.0184	1.41	5.82	57.5	45.4	1.27	0.51	P 7.19	1678	3769		5.0		
	" 26	750	15	0.095	0.0193	1.45	4.92	51.5	43.9	1.17	0.52	SiO ₂ 0.85 P 1.35	1329	3671		5.3		
	" 27	700	30	0.188	0.0288	1.33	6.53	40.1	28.8	1.39	3.22	SiO ₂ 1.69	1022	3223		5.0		
	" 28	700	30	0.190	0.0281	1.32	6.76	40.5	29.4	1.38	3.22	Ti 3.55 P 2.44	1129	4895		4.8		
	" 29	650	60	0.175	0.0253	1.36	6.92	46.4	32.6	1.42	4.50	P 1.13	1658	769		7.8		
	" 30	680	60	0.175	0.0255	1.38	6.86	45.9	32.4	1.42	4.51	Al 3.61	1659	1345		7.1		

比較例	低密度針状ヘマタイト粒子の種類	高密度加熱処理		高密度針状ヘマタイト粒子												
		温度 (℃)	時間 (分)	平均長径 (μm)	平均短径 (μm)	炭粉 標準偏差値 σg (%)	軸 比 (-)	S _{max} (cm ² /g)	S _{max} /S _{min}	Al 含有量 (wt%)	焼結防止剤の 量 (wt%)	可溶性 炭素量 (ppm)	可溶性 炭素量 (ppm)	固体pH値	焼結度 (%)	
比較例16	比較例1	700	15	0.076	0.0321	1.96	2.37	11.5	23.0	0.40	0.67	-	1754	3457	5.5	12.6
" 17	" 2	650	15	0.086	0.0256	1.71	3.36	21.9	34.5	0.63	0.67	-	1845	3765	5.6	11.8
" 18	" 4	680	30	0.121	0.0198	1.56	6.11	28.6	42.0	0.94	0.67	P	1657	3950	5.2	14.4
" 19	" 5	710	60	0.115	0.0176	1.35	6.53	53.2	47.1	1.13	0.67	P	1489	3678	5.1	21.6
" 20	" 6	560	90	0.116	0.0175	1.34	6.63	61.2	47.3	1.29	0.68	P	1580	3217	5.1	-
" 21	" 7	720	45	0.116	0.0177	1.35	6.55	53.9	46.8	1.15	0.67	SiO ₂	1482	3649	5.5	-
" 22	" 8	730	10	0.115	0.0177	1.35	6.50	58.5	46.8	1.25	0.67	SiO ₂	1765	3795	5.6	-
" 23	" 9	520	60	0.116	0.0174	1.34	6.67	73.5	47.5	1.55	0.66	P	1487	3098	5.6	-
" 24	" 10	650	60	0.105	0.0289	1.34	6.75	41.0	28.6	1.43	3.22	P	2167	3579	6.1	36.5
" 25	" 11	650	45	0.105	0.0282	1.33	6.68	43.9	28.3	1.55	3.23	SiO ₂	2156	3264	6.0	-
" 26	" 12	600	15	0.188	0.0265	1.32	6.37	51.5	28.1	1.83	3.21	Al	1256	3630	5.2	-
" 27	" 13	750	30	0.190	0.0300	1.33	6.33	40.1	27.7	1.45	3.20	Ti	1190	4678	4.9	-
" 28	" 14	450	60	0.198	0.0278	1.32	7.12	73.0	29.6	2.47	3.23	P	2456	3356	5.9	-
" 29	" 15	680	30	0.205	0.0299	1.37	6.89	38.7	27.6	1.40	0.006	P	1280	3103	5.6	-

【0160】＜針状ヘマタイト粒子のアルカリ水溶液中における処理＞

実施例31～45及び比較例30～38

高密度針状ヘマタイト粒子粉末の種類、湿式粉碎の有無、アルカリ水溶液中における加熱処理の有無、スラリ

一のpH値、加熱温度及び加熱時間を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして針状ヘマタイト粒子を得た。

【0161】この時の主要製造条件及び諸特性を表8乃至表11に示す。

【0162】

* * 【表8】

実施例	高密度針状ヘマタイト粒子の種類	湿式粉碎		アルカリ水溶液中加熱処理		
		有無	篩残量 (wt%)	pH値 (-)	温度 (℃)	時間 (分)
実施例31	実施例16	有	0	13.8	98	180
" 32	" 17	有	0	13.5	95	210
" 33	" 18	有	0	13.6	93	180
" 34	" 19	有	0	13.4	90	180
" 35	" 20	有	0	13.1	97	120
" 36	" 21	有	0	13.8	95	90
" 37	" 22	有	0	13.7	93	120
" 38	" 23	有	0	13.4	93	180
" 39	" 24	有	0	13.7	95	180
" 40	" 25	有	0	13.5	93	140
" 41	" 26	有	0	13.5	98	120
" 42	" 27	有	0	13.1	97	180
" 43	" 28	有	0	13.1	90	90
" 44	" 29	有	0	13.3	91	180
" 45	" 30	有	0	13.7	95	180

【0163】

【表9】

アルカリ水溶液処理後、水洗した針状ヘマタイト結子												
実施例	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差値 (%)	軸 比 (-)	S_{001} (m^2/g)	S_{111} $/S_{001}$ (-)	Al含有量 (wt%)	焼結防止剤の 量 (wt%)	可溶性 Fe値 (ppm)	可溶性 硫酸塩 (g/mol)	針状率 (-)	焼結率 (%)
	(μm)	(μm)	(-)	(-)	(m^2/g)	(-)	(wt%)	(wt%)	(ppm)	(g/mol)	(-)	(%)
実施例31	0.115	0.0179	1.34	6.42	57.4	46.3	1.24	0.67	SiO_2 0.84	111	12	78.8
" 32	0.133	0.0219	1.35	6.02	52.2	38.0	1.37	0.67	P 0.38	121	15	80.6
" 33	0.137	0.0223	1.34	6.14	49.0	37.3	1.31	0.67	SiO_2 1.37 P 0.55	98	21	83.6
" 34	0.166	0.0262	1.37	6.34	41.2	31.7	1.30	1.25	P 0.86	134	11	71.2
" 35	0.168	0.0261	1.37	6.44	45.5	31.8	1.43	1.25	Al 3.23	142	12	78.1
" 36	0.199	0.0293	1.41	6.79	41.9	28.2	1.49	0.93	P 0.61	110	21	88.9
" 37	0.202	0.0291	1.41	6.94	43.1	28.3	1.52	0.93	B 0.24	108	16	85.5
" 38	0.144	0.0244	1.35	5.90	51.9	34.2	1.52	0.22	SiO_2 1.13	89	9	80.1
" 39	0.145	0.0244	1.37	5.94	50.5	34.2	1.48	0.22	P 0.35	98	16	78.5
" 40	0.106	0.0183	1.41	5.79	58.0	45.7	1.27	0.51	P 2.89	124	34	76.8
" 41	0.095	0.0193	1.45	4.92	52.3	43.9	1.19	0.52	SiO_2 0.83 P 0.71	68	46	71.1
" 42	0.188	0.0287	1.33	6.55	40.3	28.8	1.40	3.22	SiO_2 1.68	96	21	84.3
" 43	0.189	0.0281	1.32	6.73	41.1	29.4	1.40	3.22	Ti 3.54 P 1.13	87	16	80.8
" 44	0.175	0.0253	1.35	6.92	46.9	32.6	1.44	4.50	P 0.56	129	15	71.9
" 45	0.174	0.0255	1.37	6.82	44.9	32.4	1.39	4.51	Al 3.60	100	5	84.6

比較例	針状ヘマタイト粒子の種類	湿式粉碎		アルカリ水溶液中加熱処理		
		有無	篩残量 (wt%)	pH値 (-)	温度 (℃)	時間 (分)
比較例30	比較例20	有	0	—	—	—
" 31	" 21	有	0	12.1	95	180
" 32	" 22	有	0	13.2	68	180
" 33	" 23	無	18.6	13.2	90	180
" 34	" 25	無	29.5	10.3	97	180
" 35	" 26	無	30.4	13.5	95	180
" 36	" 27	無	21.6	13.4	93	120
" 37	" 28	有	0	9.3	95	120
" 38	" 29	有	0	13.6	93	180

【0165】

【表11】

アルカリ水溶液処理後、水洗した針状ヘマタイト粒子													
比較例	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差率 σ_g (%)	軸 比 (-)	S_{BET} (m^2/g)	S_{TEM} (m^2/g)	S_{BET} / S_{TEM}	Al 含有量 (wt%)	焼結防止剤の 量 (wt%)	可溶性 Fe量 (ppm)	可溶性 Si量 (ppm)	粉体中 鉄分 (%)	焼結収率 (%)
比較例30	0.115	0.0175	1.34	6.57	62.0	47.3	1.31	0.68	P 1.12	712	436	6.7	64.1
" 31	0.116	0.0176	1.35	6.59	53.8	47.0	1.14	0.67	SiO ₂ 1.62	413	336	7.0	53.3
" 32	0.115	0.0177	1.34	6.50	53.4	46.8	1.25	0.67	SiO ₂ 1.11	378	163	8.2	64.6
" 33	0.117	0.0177	1.37	6.61	73.9	46.7	1.58	0.66	P 0.61	490	225	7.3	53.1
" 34	0.198	0.0294	1.37	6.73	43.0	28.1	1.53	3.23	SiO ₂ 1.80	632	269	7.4	46.5
" 35	0.192	0.0297	1.41	6.46	51.9	27.9	1.85	3.21	Al 1.65	468	265	7.0	41.6
" 36	0.191	0.0302	1.41	6.32	40.7	27.5	1.48	3.20	Ti 1.00	435	214	7.5	58.6
" 37	0.197	0.0274	1.37	7.19	74.8	30.0	2.49	3.23	P 0.96	549	310	7.1	60.1
" 38	0.206	0.0300	1.35	6.87	37.8	27.5	1.37	0.006	P 0.61	116	56	8.8	63.6

【0166】＜針状ヘマタイト粒子の表面被覆処理＞

実施例46

アルカリ性水溶液中における加熱処理後にデカンテーション法により水洗して得られた実施例31のpH値が10.5のスラリーは、スラリー濃度が98g/lであった。このスラリー5lを再度加熱して60℃とし、このスラリー中に1.0NのNaAlO₂溶液907ml（針状ヘマタイト粒子に対しAl換算で5.0wt%に相当する。）を加え、30分間保持した後、酢酸を用いてpH値を8.3に調整した。次いで、前記本発明の実施の形態と同様にして濾別、水洗、乾燥、粉碎して粒子表面が被覆物により被覆されている針状ヘマタイト粒子

粉末を得た。

【0167】この時の主要製造条件及び諸特性を表12及び表13に示す。

【0168】実施例47～60

針状ヘマタイト粒子粉末の種類、表面処理物の種類及び量を種々変化させた以外は、実施例46と同様にして表面被覆針状ヘマタイト粒子を得た。

【0169】この時の主要製造条件及び諸特性を表12及び表13に示す。

【0170】

【表12】

実施例	アルカリ水溶液処理済針状ヘマタイト粒子の種類	表面処理		被覆物	
		種類	添加量 (wt%)	種類*	被覆量 (wt%)
実施例46	実施例31	75%硫酸ナトリウム	5.0	A	4.76
" 47	" 32	3号水ガラス	1.0	S	0.98
" 48	" 33	硫酸アルミニウム	1.5	A	1.47
" 49	" 34	珪酸アルミニウム	3.0	S	2.90
" 50	" 35	硫酸アルミニウム 3号水ガラス	3.0 1.0	A S	2.91 0.97
" 51	" 36	硫酸アルミニウム 3号水ガラス	0.5 3.0	A S	0.49 2.86
" 52	" 37	75%硫酸ナトリウム	10.0	A	9.09
" 53	" 38	75%硫酸ナトリウム 珪酸アルミニウム	1.5 2.0	A S	1.48 1.96
" 54	" 39	75%硫酸ナトリウム	0.5	A	0.49
" 55	" 40	硫酸アルミニウム	15.0	A	13.05
" 56	" 41	3号水ガラス	5.0	S	4.75
" 57	" 42	75%硫酸ナトリウム 硫酸アルミニウム	2.0 4.0	A	5.80
" 58	" 43	3号水ガラス 珪酸アルミニウム	0.2 0.3	S	0.46
" 59	" 44	75%硫酸ナトリウム	7.5	A	6.96
" 60	" 45	75%硫酸ナトリウム	20.0	A	16.64

* Aはアルミニウムの水酸化物、Sはケイ素の酸化物

実施例		表面処理後、水洗した針状ヘマタイト粒子											
平均 長径 (μm)	平均 短径 (μm)	幾何標準 偏差値 σg (—)	軸 比 (—)	S_{SET} (m^2/g)	S_{TEM} (m^2/g)	$S_{\text{SET}}/S_{\text{TEM}}$ (—)	Al 含有量 (wt%)	焼結防止剤の 量 (wt%)	可溶性 K ₂ Si (ppm)	可溶性 酸濃度 (ppm)	粉体回収 (—)	焼結後 強度 (%)	
実施例46	0.115	0.0179	1.35	6.42	57.2	46.3	1.23	0.67	SiO ₂ 0.81	123	19	9.2	80.1
" 47	0.133	0.0220	1.35	6.05	54.0	37.9	1.43	0.67	P 0.37	112	23	9.1	81.5
" 48	0.137	0.0222	1.34	6.17	47.8	37.5	1.28	0.67	SiO ₂ 1.35 P 0.52	89	43	9.4	80.8
" 49	0.165	0.0262	1.36	6.30	43.6	31.7	1.38	1.25	P 0.81	125	20	9.0	88.3
" 50	0.167	0.0261	1.37	6.40	46.6	31.8	1.47	1.25	Al 3.19	138	8	8.5	81.9
" 51	0.200	0.0293	1.42	6.63	43.9	28.2	1.56	0.93	P 0.56	144	49	8.9	93.6
" 52	0.201	0.0292	1.41	6.88	43.9	28.3	1.55	0.93	8 0.15	100	11	9.3	94.2
" 53	0.144	0.0244	1.35	5.90	53.8	34.2	1.57	0.22	SiO ₂ 1.10	134	12	9.3	88.9
" 54	0.144	0.0244	1.35	5.90	50.0	34.2	1.46	0.22	P 0.36	53	23	8.8	85.6
" 55	0.106	0.0183	1.41	5.79	56.8	45.7	1.24	0.51	P 2.66	96	37	8.9	77.6
" 56	0.095	0.0193	1.42	4.97	54.1	43.9	1.23	0.52	SiO ₂ 0.80 P 0.65	115	21	9.0	75.6
" 57	0.189	0.0288	1.33	6.56	38.9	28.7	1.35	3.22	SiO ₂ 1.58	88	15	9.1	80.6
" 58	0.189	0.0282	1.33	6.70	43.6	29.3	1.49	3.22	Ti 3.36 P 1.10	129	13	9.6	83.6
" 59	0.175	0.0253	1.36	6.92	47.4	32.6	1.45	4.50	P 0.51	76	8	9.2	81.0
" 60	0.175	0.0254	1.36	6.89	48.1	32.5	1.48	4.51	Al 3.16	102	23	9.1	91.6

【0172】＜非磁性下地層の製造＞

実施例61～90及び比較例39～54

実施例31～60及び比較例1、3、16～19、2
4、30～38で得られた針状ヘマタイト粒子を用いて
前記本発明の実施の形態と同様にして非磁性下地層を得

た。

【0173】この時の主要製造条件及び諸特性を表14
乃至表16に示す。

【0174】

【表14】

実施例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非磁性下地層			
	針状ヘマタイト粒子粉末の種類	粉末/樹脂の重量比 (-)	粘度 (c p)	膜厚 (μ m)	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (相対値)
実施例61	実施例31	5.0	435	3.4	206	6.8	121
" 62	" 32	5.0	410	3.4	203	7.2	122
" 63	" 33	5.0	563	3.5	198	7.5	124
" 64	" 34	5.0	384	3.5	198	7.0	127
" 65	" 35	5.0	410	3.4	198	8.0	129
" 66	" 36	5.0	205	3.6	191	8.6	131
" 67	" 37	5.0	230	3.2	193	8.8	135
" 68	" 38	5.0	435	3.4	205	7.0	118
" 69	" 39	5.0	410	3.5	202	6.8	119
" 70	" 40	5.0	845	3.8	211	6.0	116
" 71	" 41	5.0	896	3.7	214	6.3	118
" 72	" 42	5.0	230	3.3	195	6.8	128
" 73	" 43	5.0	230	3.4	197	7.0	126
" 74	" 44	5.0	205	3.2	199	6.8	122
" 75	" 45	5.0	205	3.3	195	6.7	125

【0175】

* * 【表15】

実施例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非磁性下地層			
	針状ヘマタイト粒子粉末の種類	粉末/樹脂の重量比 (-)	粘度 (c p)	膜厚 (μ m)	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (相対値)
実施例76	実施例46	5.0	384	3.3	216	6.0	124
" 77	" 47	5.0	435	3.3	206	6.6	124
" 78	" 48	5.0	435	3.4	202	6.8	128
" 79	" 49	5.0	307	3.3	205	6.4	129
" 80	" 50	5.0	384	3.4	200	7.0	131
" 81	" 51	5.0	154	3.5	196	7.5	135
" 82	" 52	5.0	128	3.5	196	7.9	136
" 83	" 53	5.0	384	3.4	206	6.8	121
" 84	" 54	5.0	333	3.3	206	6.2	123
" 85	" 55	5.0	742	3.5	216	5.4	120
" 86	" 56	5.0	712	3.5	218	5.9	121
" 87	" 57	5.0	179	3.3	198	6.0	130
" 88	" 58	5.0	154	3.4	198	6.3	128
" 89	" 59	5.0	179	3.3	201	6.1	123
" 90	" 60	5.0	179	3.3	199	6.3	130

【0176】

50 【表16】

比較例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非 磁 性 下 地 層			
	針状ヘマタイト粒子粉末の種類	粉末／樹脂の重量比 (-)		粘 度 (c p)	膜 厚 (μm)	光沢度 (%)	Ra (nm)
比較例39	比較例 1	5.0	12500	3.8	55	84.0	84
" 40	" 16	5.0	230	3.2	34	118.0	76
" 41	" 17	5.0	333	3.3	78	56.7	88
" 42	" 3	5.0	11776	4.0	80	46.8	97
" 43	" 18	5.0	563	3.7	148	31.7	103
" 44	" 19	5.0	435	3.5	156	28.5	101
" 45	" 30	5.0	563	3.7	169	16.9	106
" 46	" 31	5.0	435	3.3	175	15.2	101
" 47	" 32	5.0	384	3.5	182	13.1	107
" 48	" 33	5.0	512	3.7	164	18.8	103
" 49	" 24	5.0	410	3.7	160	20.2	109
" 50	" 34	5.0	614	3.6	146	25.5	106
" 51	" 35	5.0	666	3.8	139	38.6	107
" 52	" 36	5.0	742	3.4	148	34.5	109
" 53	" 37	5.0	410	3.5	166	20.4	112
" 54	" 38	5.0	333	3.2	198	8.0	128

【0177】<鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末を使用している磁気記録媒体の製造>

実施例91～120及び比較例55～70

実施例61～90及び比較例39～54で得られた非磁性下地層の種類、鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末の種類を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の

形態と同様にして鉄を主成分とする金属磁性粉末を使用している磁気記録媒体を製造した。

【0178】この時の主要製造条件及び諸特性を表17乃至表19に示す。

【0179】

【表17】

実施例	非磁性的地層の種類	鉄を主成分とする金属磁性粉末の種類	磁性粉末/樹脂の重量比	磁性層の厚さ	保磁力 (Oe)	Br/Bm	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (絶対値)	耐久性		線収率 (μm ⁻¹)	腐蝕性	
										走行耐久性 (min)	すり傷性		保磁力の低下率 (%)	Bmの低下率 (%)
実施例 91	実験例61	長軸径 = 0.11 μm 短軸径 = 0.01 μm 軸比 = 6.1 Hc = 1800 Oe σs = 128 emu/g pH値 = 9.9	5.0	1.1	1940	0.88	239	6.4	133	22.6	A	1.21	4.6	6.8
" 92	" 62		5.0	1.2	1938	0.88	235	6.8	134	25.7	A	1.25	5.7	7.9
" 93	" 63		5.0	1.2	1931	0.89	233	6.9	136	22.3	B	1.24	8.5	7.4
" 94	" 64		5.0	1.1	1949	0.88	235	6.4	140	28.9	A	1.30	6.5	6.9
" 95	" 65		5.0	1.1	1920	0.88	230	6.9	140	25.4	A	1.29	7.4	5.7
" 96	" 66	長軸径 = 0.14 μm 短軸径 = 0.02 μm 軸比 = 6.7 Hc = 1650 Oe σs = 134 emu/g pH値 = 10.0	5.0	1.1	1910	0.89	225	7.3	144	30以上	A	1.33	6.5	4.8
" 97	" 67		5.0	1.2	1934	0.88	221	7.3	146	30以上	A	1.35	6.9	4.9
" 98	" 68		5.0	1.3	1710	0.87	224	6.8	128	22.5	A	1.41	7.8	6.8
" 99	" 69		5.0	1.2	1714	0.87	229	6.5	131	24.5	A	1.43	4.6	7.2
" 100	" 70		5.0	1.1	1725	0.88	234	5.3	128	18.6	B	1.21	6.8	7.8
" 101	" 71	長軸径 = 0.14 μm 短軸径 = 0.02 μm 軸比 = 6.7 Hc = 1650 Oe σs = 134 emu/g pH値 = 10.0	5.0	1.1	1630	0.88	238	5.6	130	16.8	B	1.23	7.1	8.9
" 102	" 72		5.0	1.1	1730	0.89	219	6.4	138	28.9	A	1.25	8.8	6.4
" 103	" 73		5.0	1.2	1773	0.88	222	6.5	138	29.0	A	1.24	3.6	7.0
" 104	" 74		5.0	1.2	1698	0.88	227	6.0	133	25.7	B	1.24	4.7	5.7
" 105	" 75		5.0	1.3	1702	0.87	220	6.5	138	27.1	A	1.22	4.7	8.7

実施例	鉄を主成分とする金属磁性粉末を使用した磁気記録媒体													
	非磁性下地層の種類	鉄を主成分とする金属磁性粉末の種類	磁性粉末/樹脂の重量比	磁性層の厚さ (μm)	保磁力 (Oe)	Br/Bm (-)	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング率 (相対値)	耐久性		磁気取付数 (μm^{-1})	腐蝕性	
										走行耐久性 (min)	すり傷性		保磁力の低下率 (%)	Bmの低下率 (%)
実施例 105	実施例 76	長軸径 = $0.11\mu\text{m}$ 短軸径 = $0.018\mu\text{m}$ 軸比 = 6.1 Hc = 1800 Oe $\sigma_s = 128\text{ emu/g}$ pH値 = 9.9	5.0	1.1	1954	0.89	241	6.0	136	28.9	A	1.22	3.2	4.8
" 107	" 77		5.0	1.1	1945	0.88	238	6.4	135	28.9	A	1.26	4.6	6.0
" 108	" 78		5.0	1.2	1940	0.89	240	6.3	139	27.5	A	1.27	5.3	5.6
" 109	" 79		5.0	1.1	1950	0.89	237	6.4	141	30以上	A	1.32	3.8	5.1
" 110	" 80		5.0	1.1	1949	0.89	236	6.3	144	28.8	A	1.32	7.1	4.3
" 111	" 81	長軸径 = $0.14\mu\text{m}$ 短軸径 = $0.021\mu\text{m}$ 軸比 = 6.7 Hc = 1650 Oe $\sigma_s = 134\text{ emu/g}$ pH値 = 10.0	5.0	1.1	1945	0.88	228	6.8	146	30以上	A	1.33	6.1	3.7
" 112	" 82		5.0	1.2	1955	0.90	226	6.8	147	30以上	A	1.36	5.0	4.0
" 113	" 83		5.0	1.1	1723	0.88	229	6.0	133	30以上	A	1.43	6.3	5.1
" 114	" 84		5.0	1.2	1734	0.88	231	6.0	133	30以上	A	1.41	3.5	4.7
" 115	" 85		5.0	1.1	1734	0.88	234	5.4	132	20.7	A	1.25	4.0	5.2
" 116	" 86	長軸径 = $0.14\mu\text{m}$ 短軸径 = $0.021\mu\text{m}$ 軸比 = 6.7 Hc = 1650 Oe $\sigma_s = 134\text{ emu/g}$ pH値 = 10.0	5.0	1.1	1708	0.89	237	5.4	133	22.8	A	1.24	3.7	6.1
" 117	" 87		5.0	1.1	1723	0.89	227	6.1	138	28.7	A	1.25	6.9	5.8
" 118	" 88		5.0	1.2	1735	0.88	230	6.3	141	27.8	A	1.24	2.8	5.9
" 119	" 89		5.0	1.1	1713	0.88	231	6.4	135	29.5	A	1.23	4.1	4.3
" 120	" 90		5.0	1.1	1732	0.89	225	6.2	138	25.8	A	1.25	3.5	3.6

鉄を主成分とする金属磁性粉末を用いている磁気記録媒体														
比較例	非磁性下地層の種類	鉄を主成分とする金属磁性粉末の組成	磁性粉末／樹脂の重量比	磁性粉末の厚さ(μm)	保磁力(Oe)	Br/Bm	充て度(%)	Ra(nm)	ヤング率(相対値)	耐久 性		線収縮係数(μm ⁻¹)	腐 蝕 性	
										走行耐久時間(min)	すり傷性		保磁力の低下率(%)	Bmの低下率(%)
比較例 55	比較例39	長軸径= 0.11 μm 短軸径= 0.018 μm 軸比 = 6.1 Hc = 1830 Oe σs = 138 cm ² /g μ ₀ H ₀ = 9.9	5.0	1.3	1830	0.82	146	64.0	93	0.6	D	0.70	45.6	25.7
" 56	" 40		5.0	1.2	1830	0.78	112	78.8	87	1.2	C	0.72	38.9	25.1
" 57	" 41		5.0	1.2	1835	0.83	156	42.6	99	0.4	D	0.84	49.0	36.8
" 58	" 42		5.0	1.2	1901	0.83	161	22.4	107	4.1	C	0.91	28.6	24.5
" 59	" 43		5.0	1.2	1911	0.84	176	25.8	113	6.0	C	1.03	23.6	22.9
" 60	" 44		5.0	1.3	1905	0.84	180	24.8	111	3.6	C	1.06	31.3	23.1
" 61	" 45		5.0	1.1	1918	0.85	189	15.1	117	9.8	C	1.12	18.0	13.8
" 62	" 46		5.0	1.3	1914	0.83	193	11.9	114	10.3	B	1.08	14.7	14.3
" 63	" 47		5.0	1.1	1903	0.85	183	13.1	121	8.9	C	1.00	16.8	15.3
" 64	" 48		5.0	1.2	1905	0.84	178	15.6	131	8.6	C	1.18	17.9	17.9
" 65	" 49	5.0	1.1	1896	0.83	167	21.6	123	5.8	C	1.20	35.9	23.9	
" 66	" 50	5.0	1.0	1906	0.82	165	21.6	117	4.3	D	1.21	21.7	18.0	
" 67	" 51	5.0	1.3	1893	0.84	150	23.0	123	3.8	D	1.21	16.8	21.0	
" 68	" 52	5.0	1.3	1899	0.85	163	26.3	123	8.8	C	1.15	18.6	15.9	
" 69	" 53	5.0	1.2	1913	0.85	171	12.8	124	9.9	C	1.20	16.0	13.8	
" 70	" 54	5.0	1.1	1925	0.88	225	7.8	130	9.4	B	1.29	8.6	6.2	

【0182】

【発明の効果】本発明に係る針状ヘマタイト粒子粉末は、前出実施例に示した通り、非磁性下地層用非磁性粉末として用いた場合、基体としての強度と表面性に優れている非磁性下地層を得ることができ、該非磁性下地層

を用いて磁気記録媒体とした場合において光透過率が小さく、表面平滑で、強度が大きく、且つ、耐久性に優れた磁気記録媒体を得ることができるので、高密度磁気記録媒体の非磁性下地層用として好ましいものである。

【0183】そして、本発明に係るヘマタイト粒子粉末

を用いた非磁性下地層を有する磁気記録媒体は、光透過率が小さく、表面平滑で、強度が大きく、且つ、耐久性に優れているとともに、磁気記録層中の鉄を主成分とす*

* る針状金属磁性粒子粉末の腐蝕に伴う磁気特性の劣化を抑制することができるので、高密度磁気記録媒体として好ましいものである。

フロントページの続き

(72)発明者 森井 弘子
広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸
田工業株式会社創造センター内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.